### (19) 世界知的所有権機関 国際事務局



# 

### (43) 国際公開日 2005 年9 月9 日 (09.09.2005)

#### **PCT**

### (10) 国際公開番号 WO 2005/083141 A1

(51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C22C 38/00, 38/06, 38/58, F16B 35/00 // C21D 9/00

(21) 国際出願番号: PCT/JP2005/003393

(22) 国際出願日: 2005年3月1日(01.03.2005)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:

特願2004-057379

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 本田技研 工業株式会社 (HONDA MOTOR CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1078556 東京都港区南青山二丁目 1 番 1 号 Tokyo (JP). 株式会社佐賀鉄工所 (SAGA TEKKOHSHO CO., LTD.) [JP/JP]; 〒8400806 佐賀県佐賀市神園一丁目 5番3 0号 Saga (JP). 株式会社神戸製鋼所 (KABUSHIKI KAISHA KOBE SEIKO SHO) [JP/JP]; 〒6518585 兵庫県神戸市中央区脇浜町二丁目 1 0番26号 Hyogo (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 高島 光男 (TAKASHIMA, Mitsuo) [JP/JP]; 〒3510193 埼玉県和 光市中央一丁目 4 番 1 号 株式会社本田技術研究 所内 Saitama (JP). 高田 健太郎 (TAKADA, Kentaro) [JP/JP]; 〒3510193 埼玉県和光市中央一丁目 4 番 1 号 株式会社本田技術研究所内 Saitama (JP). 飯田 善次 (HDA, Zenji) [JP/JP]; 〒3510193 埼玉県和光市中央一丁目 4 番 1 号 株式会社本田技術研究所内 Saitama

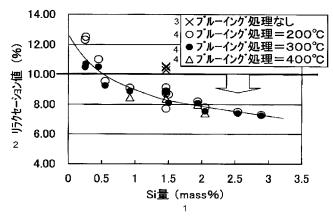
/続葉有/

(54) Title: HIGH STRENGTH BOLT EXCELLENT IN CHARACTERISTICS OF RESISTANCE TO DELAYED FRACTURE AND RESISTANCE TO RELAXATION

ЛР

(54) 発明の名称: 耐遅れ破壊特性及び耐リラクセーション特性に優れた高強度ボルト

2004年3月2日(02.03.2004)



- 1... SI AMOUNT ( mass%)
- 2... RELAXATION VALUE (%)
- 3... NO BLUING TREATMENT
- 4... BLUING TREATMENT

(57) Abstract: A high strength bolt having a tensile strength of 1200 N/mm<sup>2</sup> or more and being excellent in characteristics of the resistance to delayed fracture and the resistance to relaxation, which is produced by subjecting a steel for a bolt having a chemical composition, in mass %, wherein 0.5 to 1.0 % of C, 0.55 to 3 % of Si, 0.2 to 2 % of Mn, 0.03 % or less (not containing 0 %) of P, 0.03 % or less (not containing 0 %) of S, and 0.3 % or less (not containing 0 %) of Al are contained, and having a structure wherein the total area proportion of pro-eutectoid ferrite, pro-eutectoid cementite, bainite and martensite is less than 20 % and the balance is pearlite, to wire drawing, subjecting the drawn product to cold heading and squeezing to form an article having a bolt form, and then bluing the article at a temperature range of 100 to 500°C.

(57) 要約: C:O.5~1.0%(質量%の意味、以下同じ)、Si:O.55~3%、Mn:O.2~2%、P:O.03%以下(0%を含まない)、S:O.03%以下(0%を含まない)、及びAI:O.3%以下(0%を含まない)を含有し、初析フェライト、初析セメンタ

(TSUKIVAMA Kotsubiro) [IP/IP]: \(\pi\) III IV MA MD MG MK MN MW MY M7

(JP). 築山 勝浩 (TSUKIYAMA, Katsuhiro) [JP/JP]; 〒8400806 佐賀県佐賀市神園一丁目5番30号株式会社佐賀鉄工所内 Saga (JP). 江川 武彦 (EGAWA, Takehiko) [JP/JP]; 〒8400806 佐賀県佐賀市神園一丁目5番30号株式会社佐賀鉄工所内 Saga (JP). 並村裕一 (NAMIMURA, Yuichi) [JP/JP]; 〒6570863 兵庫県神戸市灘区灘浜東町2番株式会社神戸製鋼所神戸製鉄所内 Hyogo (JP). 茨木信彦 (IBARAKI, Nobuhiko) [JP/JP]; 〒6570863 兵庫県神戸市灘区灘浜東町2番株式会社神戸製鋼所神戸製鉄所内 Hyogo (JP).

- (74) 代理人: 小谷 悦司, 外(KOTANI, Etsuji et al.); 〒 5300005 大阪府大阪市北区中之島2丁目2番2号ニチメンビル2階 Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT,

- LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

#### 添付公開書類:

#### 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

イト、ベイナイトおよびマルテンサイトの合計の面積率が20%未満であって、残部の組織がパーライトであるボルト用鋼を、伸線加工した後、冷間圧造によってボルト形状とし、次いで100~500°Cの温度域でブルーイング処理することによって得られる引張強度1200N/mm²以上の耐遅れ破壊特性および耐リラクセーション特性に優れた高強度ボルトを開示する。

WO 2005/083141 1 PCT/JP2005/003393

## 明細書

耐遅れ破壊特性及び耐リラクセーション特性に優れた高強度ボルト 技術分野

[0001] 本発明は、主に自動車用として使用される高強度ボルトに関するものであり、特に引張強さ(強度)が1200N/mm<sup>2</sup>以上でありながら耐遅れ破壊特性および耐リラクセーション特性に優れた高強度ボルトに関するものである。

## 背景技術

- [0002] 一般の高強度ボルトには中炭素合金鋼(SCM435, SCM440, SCr440等)が使用され、焼入れ・焼戻しによって必要な強度を確保する様にしている。しかしながら、自動車や各種産業機械用として使用される一般の高強度ボルトでは、引張強さが約1200N/mm²を超える領域になると、遅れ破壊が発生する危険があり、使用上の制約がある。
- [0003] 遅れ破壊は、非腐食性環境下で起こるものと腐食性環境下で起こるものがあるが、 その発生は種々の要因が複雑にからみあっていると言われており、一概にその原因 を特定することは困難である。上記の様な遅れ破壊性を左右する制御因子としては、 焼戻し温度、組織、材料硬さ、結晶粒度、各種合金元素等の関与が一応認められて いるものの、遅れ破壊を防止する為の有効な手段が確立されている訳ではなく、試 行錯誤的に種々の方法が提案されているに過ぎないのが実状である。
- [0004] これまでにも耐遅れ破壊特性を改善する技術が提案されている(特許文献1~3など)。これらの技術では、各種の主要な合金元素を調整することによって、引張強さが 1400N/mm²以上の高強度ボルトでも耐遅れ破壊特性を改善しているが、遅れ破 壊発生の危険が完全に解消されたという訳ではなく、それらの適用範囲はごく限られ た範囲に止まっている。
- [0005] 耐遅れ破壊特性をさらに改善した技術として特許文献4がある。この特許文献4では、高強度ボルト用鋼の組織を、焼入れ・焼戻し組織ではなくパーライト組織とし、次いで強伸線加工とすることによって、引張強さ1200N/mm²以上の高強度ボルトを得ている。そしてこの高強度ボルトに導入されたパーライト組織は、セメンタイトとフェ

ライトの界面で水素をトラップし、界面に集積する水素を低減させる効果を有するため、耐遅れ破壊特性が改善される。

[0006] しかしパーライト鋼には特有の課題が存する。すなわち、高温で使用される締付用ボルトでは、使用中に耐力比が低くなり、締付力の低下を招く現象が生じる場合があり、こうした現象はリラクセーション(応力緩和)と呼ばれている。そして、特に焼入れ・焼戻し鋼ではなくパーライト鋼をボルトなどに利用したときには、こうした現象に対する特性(リラクセーション特性)の低下が懸念される。こうした現象が生じるとボルトが伸びてしまい、初期の締付力を確保できない恐れがあるので、例えば自動車エンジン廻りなどに適用するボルトでは、リラクセーション特性にも優れている必要がある。しかしながら、これまでの高強度ボルトでは、こうしたリラクセーション特性についてはあまり考慮されておらず、特許文献5が知られている程度である。

[0007] 特許文献5では、所定の成分のパーライト鋼を強伸線加工した後、冷間圧造によってボルト形状とし、次いで100~400℃の温度域でブルーイング処理している。ブルーイング処理すると、C、Nによる時効硬化が発揮されて塑性変形が防止され、ボルトの強度や耐力比を向上させると共に、温度100~200℃での熱へたりを起こしにくくなるために、耐リラクセーション特性が改善されている。なおこの特許文献5は耐リラクセーション特性を改善する発明であるにも拘わらず、Siと耐リラクセーション特性との関係については開示しておらず、むしろSi含有量が過剰になると伸線後の鋼材の延性を低下させると共に、冷間圧造性を著しく低下させるため、Siは0.5%以下にすべきであるとしている。

特許文献1:特開昭60-114551号公報

特許文献2:特開平2-267243号公報

特許文献3:特開平3-243745号公報

特許文献4:特開2000-337332号公報

特許文献5:特開2001-348618号公報

発明の開示

[0008] 本発明は上記の様な事情に着目してなされたものであって、その目的は、引張強度1200N/mm²以上であって耐遅れ破壊特性に優れたパーライト組織の高強度ボ

ルトであって、耐リラクセーション特性をさらに改善できる技術を確立することにある。

[0009] 本発明に係る高強度ボルトは、引張強度1200N/mm²以上であっても耐遅れ破壊特性および耐リラクセーション特性に優れているものであり、C:0.5~1.0%(質量%の意味、以下同じ)、Si:0.55~3%、Mn:0.2~2%、P:0.03%以下(0%を含まない)、S:0.03%以下(0%を含まない)、及びAl:0.3%以下(0%を含まない)を含有し、初析フェライト、初析セメンタイト、ベイナイトおよびマルテンサイトの合計の面積率が20%未満であって、残部の組織がパーライトであるボルト用鋼を、伸線加工した後、冷間圧造によってボルト形状とし、次いで100~500℃の温度域でブルーイング処理することによって得られるものであることを特徴としている。

## 図面の簡単な説明

[0010] [図1]耐遅れ破壊試験に用いるスタッドボルトの形状を示す概略説明図である。

[図2]ベイナイト組織を示す図面代用写真である。

[図3]初析セメンタイト組織を示す図面代用写真である。

[図4]Si量、ブルーイング処理の有無、及びリラクセーション値の関係を示すグラフである。

### 発明を実施するための最良の形態

- [0011] 本発明者らは、前記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、ボルト用鋼に ブルーイング処理だけを行っても耐リラクセーションの改善には限界があり、また単に Siを所定量以上としてもブルーイング処理を行わなければ耐リラクセーション特性は 全く改善されないのに対して、所定量以上のSi添加とブルーイング処理とを組み合 わせることで初めて耐リラクセーション特性を著しく改善できることを見出し、本発明を 完成した。
- [0012] すなわち、本発明で使用するボルト用鋼(高強度ボルト用鋼)は、通常、線状又は 棒状の形態を有するものであり、より詳細には線状又は棒状に熱間加工された鋼材 及びその後熱処理された鋼材(線材)と、該線材を主として伸線等の冷間加工を施す ことによって得られるもの(鋼線)の両方を含むものであり、好ましくは鋼線を意味する 。そして該高強度ボルト用鋼は、パーライト鋼の一種であり、より具体的には、初析フ ェライト、初析セメンタイト、ベイナイトおよびマルテンサイトの合計の面積率が20%未

WO 2005/083141 4 PCT/JP2005/003393

満であって、残部の組織がパーライト(即ち、パーライト組織の面積率が80%超)となっている。初析フェライトや初析セメンタイトが多くなると、伸線時に縦割れを起こすために強伸線加工が困難となり、ボルトの強度を所定値以上とすることが困難となる。また初析セメンタイトとマルテンサイトが多くなると、伸線時に断線を引き起こし易くなる。更に、ベイナイトはパーライトに比べて加工硬化量が少なくなるので、強伸線加工による強度上昇が望めないので少なくする必要がある。これらの組織に対してパーライト組織は、セメンタイトとフェライトの界面で水素をトラップし、粒界に集積する水素を低減させる効果があり、耐遅れ破壊特性向上の観点からできるだけ多くする必要がある。なおパーライト組織の面積率は、好ましくは90%以上、さらに好ましくは95%以上とすることが推奨される。

- [0013] また本発明の高強度ボルト用鋼は、C:0.5~1.0%(質量%の意味、以下同じ)、Si:0.55~3%、Mn:0.2~2%、P:0.03%以下(0%を含まない)、S:0.03%以下(0%を含まない)、及びAl:0.3%以下(0%を含まない)を含有している。以下、各成分の限定理由について説明する。
- [0014] Cは、ボルトの強度を上げるために有効かつ経済的な元素であり、C含有量を増加させるにつれて、強度が増加する。ボルトにおける目標強度を確保するため、Cは0. 5%以上、好ましくは0. 55%以上、さらに好ましくは0. 60%以上含有させる。しかしながら、C量が過剰になると初析セメンタイトの析出量が増加し、靭延性の低下が顕著となって伸線加工性を劣化させる。従ってC量は、1. 0%以下、好ましくは0. 9%以下、さらに好ましくは0. 85%以下とする。最も望ましいC量は、共析炭素量をCeとしたとき、Ce±0. 2%(好ましくはCe±0. 1%、特にCe±0. 05%)である。
- [0015] Siは、ブルーイング処理したボルトの耐リラクセーション特性をさらに改善することができる。Siがリラクセーションを引き起こす最大の原因である軟らかいフェライト中に固溶して、固溶強化作用を発揮するためであると思料される。従ってSi量は0.55%以上、好ましくは0.7%以上、さらに好ましくは1.0%以上、特に1.5%以上とする。なおSiは熱間圧延やパテンティング処理(鉛パテンティング処理など)の加熱時に鋼材の脱炭を促進させる作用がある。通常は脱炭を起こさせないように操業条件を設定するが、積極的に脱炭を促進させれば、表面を軟化させることができ、Siを増量して

もボルト圧造時の割れ発生を抑制することもできる。しかしSiを多くし過ぎると芯部の延性が低下する。従ってSi量は、3%以下、好ましくは2.5%以下、更に好ましくは2.0%以下とする。

- [0016] Mnは脱酸剤としての効果と、線材の焼入性を向上させて線材の断面組織の均一性を高める効果を有する。Mn量は0.2%以上、好ましくは0.4%以上、さらに好ましくは0.5%以上とする。しかしMn量が過剰になると、Mnの偏析部にマルテンサイトやベイナイトなどの過冷組織が生成して伸線加工性を劣化させやすくなる。従ってMn量は2%以下、好ましくは1.5%以下、さらに好ましくは1.0%以下とする。
- [0017] Pは粒界偏析を起こして、耐遅れ破壊特性を劣化させる元素である。そこでP含有量は0.03%以下、好ましくは0.02%以下、さらに好ましくは0.015%以下、特に0.010%以下に抑制する。
- [0018] Sは鋼中でMnSを形成し、応力が負荷されたときに応力集中箇所となる。従って、 耐遅れ破壊特性の改善にはS含有量をできるだけ減少させることが望ましい。こうし た観点からS量は0.03%以下、好ましくは0.02%以下、さらに好ましくは0.015% 以下、特に0.010%以下に抑制する。
- [0019] Alは窒化物系介在物や酸化物系介在物を生成し、伸線性を低下させる。従ってAlは0.3%以下、好ましくは0.1%以下、さらに好ましくは0.05%以下とし、特に伸線性を重視する場合には0.03%以下(好ましくは0.02%以下、特に0.010%以下)とする。一方、Alは鋼中のNを捕捉してAlNを形成し、結晶粒を微細化することによって耐遅れ破壊特性の向上にも寄与するため、Alを積極的に添加してもよい。この場合、Al量は、例えば0.01%以上、好ましくは0.02%以上、さらに好ましくは0.03%以上とする。
- [0020] さらに前記高強度ボルト用鋼は、本発明の目的を阻害しない範囲で他の元素を含有していてもよく、例えば、第1の追加元素(Cr、Coなど)、第2の追加元素(Niなど)、第3の追加元素(Cuなど)、第4の追加元素(Mo、V、Nb、Ti、Wなど)、第5の追加元素(Bなど)を単独で又は適宜組み合わせて添加してもよい。以下、追加の元素について説明する。
- [0021] 第1の追加元素であるCrとCoは、Cr:2.5%以下(0%を含まない)、又はCo:0.5

%以下(0%を含まない)となる範囲で添加してもよい。CrとCoは、初析セメンタイトの析出を抑制する効果があり、初析セメンタイトの低減を図る本発明の高強度ボルトにおける添加成分としては特に有効である。こうした効果は、いずれもその含有量が増加するほど増大するが、効果を顕著とするためにはCr:0.05%以上(例えば0.2%以上、特に0.1%以上)、又はCo:0.01%以上(例えば、0.03%以上、特に0.05%以上)とすることが推奨される。なお過剰に添加しても効果が飽和して不経済となる。従ってCr:2.5%以下(好ましくは2.0%以下、さらに好ましくは1.2%以下)、Co:0.5%以下(好ましくは0.3%以下、さらに好ましくは0.2%以下)とする。なおCrとCoは、いずれか一方だけを添加してもよく、両方を添加してもよい。

- [0022] 第2の追加元素であるNiについては、1.0%以下(0%を含まない)の範囲で添加してもよい。Niはボルトの強度向上にあまり寄与しないが、伸線材の靭性を高める効果を有する。この効果はNiの含有量が増加するほど増大するが、効果を顕著とするためには、Ni量は、好ましくは0.05%以上、さらに好ましくは0.1%以上、特に0.15%以上とすることが推奨される。しかしNiが過剰になると、変態終了時間が長くなりすぎ、設備の大型化や生産性の低下をきたす。従ってNi量は、1.0%以下、好ましくは0.5%以下、さらに好ましくは0.3%以下とする。
- [0023] 第3の追加元素であるCuは、1.0%以下(0%を含まない)の範囲で添加してもよい。Cuは析出硬化作用によってボルトの高強度化に寄与する元素である。この効果はCuの含有量が増加するほど増大するが、効果を顕著とするためには、Cu量は、好ましくは0.05%以上、さらに好ましくは0.1%以上、特に0.2%以上とすることが推奨される。しかしCuが過剰になると、粒界脆化を起こして耐遅れ破壊特性を劣化させる原因となる。従ってCu量は、1.0%以下、好ましくは0.5%以下、さらに好ましくは0.3%以下とする。
- [0024] 第4の追加元素であるMo、V、Nb、Ti、Wなどは、合計で0.5%以下(0%を含まない)となる範囲で添加してもよい。これらMo、V、Nb、Ti、Wは、微細な炭窒化物を形成し、耐遅れ破壊特性の向上に寄与する。この効果はこれらの元素の合計量が増加するほど増大し、該合計量は、好ましくは0.02%以上、さらに好ましくは0.05%以上とする。しかしこれらの元素の合計量が過剰になると、耐遅れ破壊特性を却って

阻害し、靭性も劣化する。従ってこれらの元素の合計量は、0.5%以下、好ましくは0.2%以下、さらに好ましくは0.15%以下とする。なおMo、V、Nb、Ti、Wなどは単独で添加してもよく、2種以上を適宜組み合わせて添加してもよい。

- [0025] 第5の追加元素であるBは、0.003%以下(0%を含まない)の範囲で添加してもよい。Bは焼入性向上のために添加される。この効果はBの含有量が増加するほど増大するが、効果を顕著とするためには、B量は、好ましくは0.0005%以上、さらに好ましくは0.0010%以上とすることが推奨される。しかしBが過剰になると靭性を阻害する。従ってB量は、0.003%以下、好ましくは0.0025%以下、さらに好ましくは0.0020%以下とする。
- [0026] 残部はFe及び不可避不純物であってもよい。
- [0027] なお本発明で使用するボルト用鋼は、伸線加工、ブルーイング処理等を施してボルトとしたときに所定強度を有することができる程度の引張強度を有していればよく、例えば、1000N/mm²以上、好ましくは1100N/mm²以上、さらに好ましくは120 ON/mm²以上、特に1300N/mm²以上程度である。
- [0028] そして本発明のボルトは、前記ボルト用鋼(線材又は鋼線)を、伸線加工した後、冷間でボルト圧造し、次いで100~500℃の温度域でブルーイング処理することによって得られるものである。このようなボルトは、引張強度1200N/mm²以上(好ましくは1400N/mm²以上、さらに好ましくは1500N/mm²以上、特に1600N/mm²以上、かる。
- [0029] 伸線加工を行うのは、圧延のまま或いは鍛造ままでは高強度ボルトに必要な寸法 精度が得られず、また最終的に所定の強度を達成することが困難なためである。強 伸線加工によって一部のパーライト組織中のセメンタイトが微細に分散され、水素トラ ップ能力を向上させると共に、伸線方向に沿って組織が並ぶことによって亀裂の進展 の抵抗になる。伸線条件は、ボルトとしたときに所定の引張強度が得られる程度の強 伸線加工であればよいが、例えば、減面率が30~85%程度(好ましくは50~70% 程度)となるような加工を行うことが推奨される。
- [0030] ブルーイング処理は、Siによる耐リラクセーション特性を利用する本発明にとっては

必須の工程である。すなわちブルーイング処理を行えば、C、Nによる時効硬化が発揮されて塑性変形が防止され、ボルトの強度や耐力比を向上させる点で有用であり、温度100~200℃での熱へたりを起こしにくくなるために、前記Si添加の効果(リラクセーションの原因となるフェライトへの固溶強化)と相俟って耐リラクセーション特性を著しく改善するのに有用である。また本発明ではSiを増量しているため、高温のブルーイング処理を行っても、該ブルーイング処理時における引張強さや耐力の低下を抑制することができる。従って引張強さや耐力を向上させることが可能であると共に、耐リラクセーション特性を高めることができる。なおブルーイング処理温度が低すぎると、時効硬化が不十分となってボルトの強度向上や耐力比の向上が少なくなり、耐リラクセーション特性の改善が不十分となる。従ってブルーイング処理温度は、100℃以上、好ましくは200℃以上、さらに好ましくは300℃以上とする。一方、ブルーイング処理温度が高すぎると、軟化してボルト強度の低下量が大きくなる。従ってブルーイング処理温度は、500℃以下、好ましくは450℃以下、更に好ましくは400℃以下とする。

## 実施例

[0031] 以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明はもとより下記実施例によって制限を受けるものではなく、前・後記の趣旨に適合し得る範囲で適当に変更を加えて実施することも勿論可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に包含される。

#### [0032] 実験例1

下記表1に示す化学成分組成を有する供試鋼(A〜M)を用い、下記表2に示す線径(8.0〜11.5mm φ)まで熱間圧延した後、下記表2に示す条件でパテンティング処理(加熱温度:940℃、恒温変態:510〜620℃で4分間)した。なお供試鋼Mは、比較の為、焼入れ・焼戻しを行って100%焼戻しマルテンサイト組織にした。得られた鋼線の組織、脱炭の程度、及び引張強度を調べた。前記組織調査では、下記の方法で初析フェライト、初析セメンタイト、ベイナイトおよびマルテンサイトまたはパーライト組織を分類し、各組識の面積率を求めた。

### [0033] [各組識の分類]

鋼線の横断面を埋め込み、研磨後、5%ピクリン酸アルコール液に15~30秒間浸漬して腐食させた後、日本電子株式会社製JKA-89CORLの走査型電子顕微鏡(SEM)によってD/4(Dは直径)部を組織観察した。そして、1000~3000倍で5~10視野撮影し、パーライト組織部分を確定した後、株式会社フォトロン製FRM TOOL-KITの画像解析装置によって各組識の面積率を求めた。尚、パーライト組織と区別がつきにくい、ベイナイト組織や初析セメンタイト組織については図2(図面代用顕微鏡組織写真)に示す様な組織をベイナイト組織とし、図3(図面代用顕微鏡組織写真)に示す様な組織をベイナイト組織とし、図3(図面代用顕微鏡組織写真)に示す様な組織を初析セメンタイト組織と判断した。これらの組織の傾向として、初析フェライトと初析セメンタイトは、旧オーステナイト結晶粒界に沿って析出し、マルテンサイトは塊状に析出する。結果を表2に示す。

### [0034] [表1]

鋼記					1	化学成分	2量質)	%) <sup>*</sup>	
号	C	Si	Mn	P	S	Al	N	0	その他
Α	0.64	1.46	0.66	0.013	0.010	0.002	0.005	0.0014	Cr: 0.68
В	0.64	1.46	0.60	0.011	0.010	0.002	0.005	0.0019	V:0.104
С	0.83	0.92	0.74	0.008	0.006	0.037	0.006	0.0008	
D	0.64	2.05	0.90	0.010	0.008	0.003	0.005	0.0013	Cr: 0.98, Ni: 0.26, V: 0.092
E	0.60	1.94	0.93	0.012	0.005	0.033	0.005	0.0014	
F	0.62	2.54	0.51	0.015	0.012	0.034	0.005	0.0010	Cr: 0.50, Mo: 0.10, Co: 0.05
G	0.60	2.89	0.51	0.010	0.008	0.035	0.006	0.0011	Cr:0.51, B:0.0015
Н	0.82	0.55	0.78	0.009	0.007	0.034	0.005	0.0008	Cr:0.70
I	0.65	1.50	0.65	0.015	0.014	0.035	0.005	0.0009	Cu:0.25
J	0.85	0.25	0.77	0.010	0.006	0.048	0.004	0.0007	
κ	0.82	0.26	0.71	0.015	0.009	0.041	0.005	0.0007	Cr: 0.18
L	0.77	0.45	0.72	0.012	0.012	0.039	0.005	0.0008	Cr:0.17
М	0.34	0.19	0.70	0.016	0.009	0.033	0.003	0.0009	Cr:0.95、Mo:0.18

※:残部はFe及び不可避不純物

「0035] 「表2]

試験	鋼記号	鋼線記号	熱間圧延材 線径	パテンティング 恒温保持温度			組織 (面積%)			引張強度
No.	5. 号 記 (mm)			(°C)	初析 フェライト	初析セメンタイト	ベイナイト	マルテンサイト	パーライト	(N/mm <sup>2</sup> )
1		WA1	10.5	600	10	0	0	0	90	1360
2	A	WA2	8.0	600	3	0	0	0	97	1358
3		WA3	8.0	620	5	0	0	0	95	1287
4		WB1	10.5	600	10	0	0	0	90	1370
5	В	WB2	8.0	600	5	0	0	0	95	1346
6		WB3	8.0	620	7	0	0	0	93	1305
7	O	WC	10.5	560	5	5	0	0	90	1314
8	Œ	WD	10.5	600	10	0	0	0	90	1450
9	E	WE	11.5	560	15	0	0	0	85	1220
10	F	WF	10.5	600	10	0	0	0	90	1381
11	G	WG	10.5	600	15	0	0	0	85	1398
12	H	WH	10.5	560	5	5	0	0	90	1305
13	I	WI	8.0	600	5	0	0	0	95	1399
14	J	WJ	8.0	510	5	0	0	0	95	1268
15	κ	WK	8.0	525	5	0	0	0	95	1305
16	L	WL	8.0	535	10	0	0	0	90	1310
17	М	WM	11.0	焼入れ(880℃	×30分→O	Q)、焼戻し(	460°C × 905	分→WC)材。	100%マルデン	サ小組織

OQ:オイルクエンチ、WC:水冷

[0036] 上記鋼線を下記表3に示す線径(7.06mm φ または5.25mm φ)まで強伸線し(減面率:55~62%)、伸線性を評価すると共に、得られた強伸線材の引張強度及び耐遅れ破壊特性を調べた。なお伸線性の評価基準は以下の通りである。また伸線性及び耐遅れ破壊特性の評価は、以下のようにして行った。

#### [0037] 「伸線性]

良好: 所定の線径まで問題なく伸線でき、伸線後の引張試験においても異常破断が見られない。

[0038] 不良:伸線中に又は伸線後の引張試験時に、カッピー破断、縦割れ破断などの異常破断が見られる。

### [0039] 「耐遅れ破壊特性]

前記強伸線材から、図1に示すM8×P1. 25[図1(a)、線径:7. 06mm  $\phi$  の鋼線から]またはM6×P1. 0[図1(b)、線径:5. 25mm  $\phi$  の鋼線から]のスタッドボルトを作製し、遅れ破壊試験を行った。遅れ破壊試験は、ボルトを酸中に浸漬後(15%HCl×30分)、水洗・乾燥して大気中で応力負荷(負荷応力は引張強さの90%)し、100時間後の破断の有無で評価した(〇:破断なし、×:破断あり)。

## [0040] [表3]

試	鋼	鎁	<b>5£</b>	伸線工	伸線材	遅れ	
験 No.	記号	線記号	減面率 (%)	伸線後 線径 (mm)	伸線性	引張強度 (N/mm <sup>2</sup> )	破壊特性
1		WA1	55	7.06	良好	1609	0
2	Α	WA2	57	5.25	良好	1615	0
3		WA3	57	5.25	良好	1561	0
4		WB1	55	7.06	良好	1619	0
5	В	WB2	57	5.25	良好	1623	0
6		WB3	57	5.25	良好	1584	0
7	O	WC	55	7.06	良好	1637	0
8	ם	WD	55	7.06	良好	1699	0
9	ш	WE	62	7.06	良好	1507	0
10	ഥ	WF	55	7.06	良好	1622	0
11	G	WG	55	7.06	良好	1632	0
12	Н	WH	55	7.06	良好	1624	0
13	I	WI	57	5.25	良好	1658	0
14	J	WJ	57	5.25	良好	1640	0
15	Κ	WK	57	5.25	良好	1631	0
16	L	WL	57	5.25	良好	1628	0
17	М	WM	59	7.06		1318	×

[0041] 上記のようにして得られた強伸線材を、一部、温度200~400℃でブルーイング処理した。ブルーイング処理したもの及びブルーイング処理しなかったものの両方について、引張強さ、及び0.2%耐力を調べた。またリラクセーション試験をJIS G 3538に準拠して行った。ただしリラクセーション試験の温度は150℃とした。また今回の

試験では、試験片を適当な間隔でつかみ、0.2%耐力に対する荷重の80%に相当する荷重(載荷荷重)W1をかけ、前記試験片に設定した評点間距離(GL;300mm)が一定となるように送鐘(試験片の伸び量調整用のおもり)を移動して負荷荷重を低下させていき、10時間後の荷重W2を測定し、下記式に従ってリラクセーション値を算出した。

[0042] リラクセーション値(%)=[(W1-W2)/W1]×100 更に、上記のように作製したスタッドボルトをブルーイング処理したものについても 上記と同様の遅れ破壊試験を行った。結果を表4及び図4に示す。

[0043] [表4]

			ブルーイング		0.00			
試験	鎁	鋼線	処理温度	引張強度	0.2% 耐力	載荷荷重	リラクセーション ris	遅れ破壊
No.	記号	記号	(°C)	(N/mm <sup>2</sup> )	(N/mm <sup>2</sup> )	(N/mm <sup>2</sup> )	値 (%)	特性
2			なし	1615	1436	1149	10.55	-
2A		WA2	200	1713	1642	1314	9.14	0
2B	Α	VV/12	300	1700 ·	1638	1310	8.87	0
2C			400	1681	1628	1302	8.39	0
3		WA3	なし	1561	1363	1090	10.48	_
3A		WAS	200	1671	1595	1276	7.72	0
5		WB2	なし	1623	1453	1162	10.50	-
5A	В	WDZ	200	1746	1709	1367	8.76	0
6	Б	1A/D2	なし	1584	1389	1111	10.30	-
6A		WB3	200	1690	1617	1294	8.87	0
7A			200	1754	1705	1364	9.11	0
7B	С	wc	300	1734	1643	1314	8.89	0
7C			400	1728	1624	1299	8.47	0
8A			200	1821	1765	1412	7.81	0
8B	D	WD	300	1807	1715	1372	7.55	0
8C			400	1787	1699	1359	7.41	0
9A			200	1628	1594	1275	8.21	0
9B	E	WE	300	1611	1542	1234	8.10	0
9C			400	1608	1538	1230	7.99	0
10A	F	WF	200	1741	1701	1361	7.51	0
10B	F		300	1738	1698	1358	7.40	0
11A		WG	200	1758	1724	1379	7.31	0
11B	G	WG	300	1751	1715	1372	7.26	0
12A	ы	WH	200	1711	1668	1334	9.55	0
12B	H	YYITI	300	1698	1625	1300	9.26	0
13A	I	WI	200	1751	1711	1369	8.67	0
13B	1	AAT	300	1742	1708	1366	8.11	0
14A	J	WJ	200	1758	1680	1344	12.31	0
14B		,,,,	300	1750	1658	1326	10.49	0
15A	К	WK	200	1740	1660	1328	12.52	0
15B		VVI	300	1727	1551	1241	10.70	0
16A	L	WL	200	1745	1671	1337	11.01	0
16B		""	300	1734	1572	1258	10.51	0

[0044] 焼入れ・焼戻し鋼(マルテンサイト鋼)であるMは、遅れ破壊特性が不十分であった (表3参照)。

- [0045] パーライト鋼としたJーLは、耐遅れ破壊特性が改善されている(表3及び表4参照)。しかしSi量が0.55%未満であるため、耐リラクセーション特性に限界があった(表4参照)。
- [0046] これらに対して、鋼A〜Iは、パーライト鋼であるためにブルーイング処理したもの及びブルーイング処理しなかったものの両方とも耐遅れ破壊特性に優れている(表3及び表4参照)。しかもSi量を0.55%以上としてブルーイング処理を行っているため、耐リラクセーション特性がさらに改善された(図4の白丸および黒丸参照)。なおこの図4から明らかなように、単にSi量を0.55%以上としても、ブルーイング処理を行わないと、耐リラクセーション特性は改善されず(図4のバツ印参照)、Si増量とブルーイング処理を組み合わせることによって耐リラクセーション特性が改善できる。
- [0047] 前述した発明を要約すると、本発明に係る高強度ボルトは、Siを所定量以上添加することによって耐リラクセーション特性を著しく改善している点に要旨を有するものである。
- [0048] すなわち、本発明に係る高強度ボルトは、引張強度1200N/mm²以上であっても 耐遅れ破壊特性および耐リラクセーション特性に優れているものであり、C:0.5~1.0%(質量%の意味、以下同じ)、Si:0.55~3%、Mn:0.2~2%、P:0.03%以下(0%を含まない)、S:0.03%以下(0%を含まない)、及びAl:0.3%以下(0%を含まない)を含有し、初析フェライト、初析セメンタイト、ベイナイトおよびマルテンサイトの合計の面積率が20%未満であって、残部の組織がパーライトであるボルト用鋼を、伸線加工した後、冷間圧造によってボルト形状とし、次いで100~500℃の温度域でブルーイング処理することによって得られるものであることを特徴としている。
- [0049] 本発明の高強度ボルトは、更にCr:2.5%以下(0%を含まない)、Co:0.5%以下(0%を含まない)、Ni:1.0%以下(0%を含まない)、Cu:1.0%以下(0%を含まない)、B:0.003%以下(0%を含まない)などを含有していてもよく、Mo、V、Nb、Ti、及びWなどを合計で0.5%以下(0%を含まない)となる範囲で含有していてもよい
- [0050] 本発明の高強度ボルトは、更にCr:2.5%以下(0%を含まない)及びCo:0.5% 以下(0%を含まない)から選択された少なくとも1種を含有することが望ましい。又、

更にNi:1.0%以下(0%を含まない)を含有することがより望ましい。又、更にMo、V、Nb、Ti、及びWから選択された少なくとも1種を、合計で0.5%以下(0%を含まない)となる範囲で含有することがより望ましい。又、更にB:0.003%以下(0%を含まない)を含有することがより望ましい。

- [0051] 本発明の高強度ボルトは、更にNi:1.0%以下(0%を含まない)を含有することが望ましい。
- [0052] 本発明の高強度ボルトは、更にCu:1.0%以下(0%を含まない)を含有することが望ましい。
- [0053] 本発明の高強度ボルトは、更にMo、V、Nb、Ti、及びWから選択された少なくとも 1種を、合計で0.5%以下(0%を含まない)となる範囲で含有することが望ましい。
- [0054] 本発明の高強度ボルトは、B:0.003%以下(0%を含まない)を含有することが望ましい。
- [0055] 本発明の高強度ボルトは、残部の成分がFe及び不可避的不純物であってもよい。
- [0056] 本発明によれば、耐遅れ破壊特性に優れたパーライト鋼材から得られるボルトに特有の課題を改善できる。 すなわち、Siを所定量以上添加することによって耐リラクセーション特性を著しく改善できる。
- [0057] 本発明は2004年3月2日に受理された日本特許出願第特願2004-057379号は この参照により開示に含まれる。

### 産業上の利用可能性

[0058] 本発明は以上の様に構成されており、引張強さが1200N/mm<sup>2</sup>以上でありながら、Siを所定量以上添加することによって、耐遅れ破壊特性および耐リラクセーション特性のいずれにも優れた高強度ボルトが製造できた。

## 請求の範囲

[1] C:0.5~1.0%(質量%の意味、以下同じ)、Si:0.55~3%、Mn:0.2~2%、P:0.03%以下(0%を含まない)、S:0.03%以下(0%を含まない)、及びAl:0.3%以下(0%を含まない)を含有し、初析フェライト、初析セメンタイト、ベイナイトおよびマルテンサイトの合計の面積率が20%未満であって、残部の組織がパーライトであるボルト用鋼を、

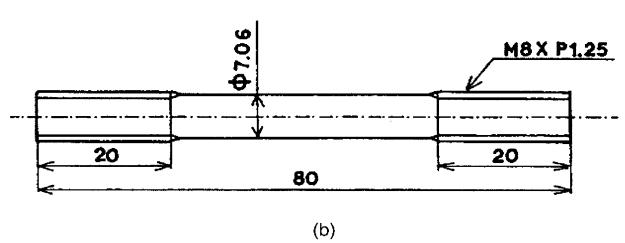
伸線加工した後、冷間圧造によってボルト形状とし、次いで100~500℃の温度域でブルーイング処理することによって得られる引張強度1200N/mm²以上の耐遅れ破壊特性および耐リラクセーション特性に優れた高強度ボルト。

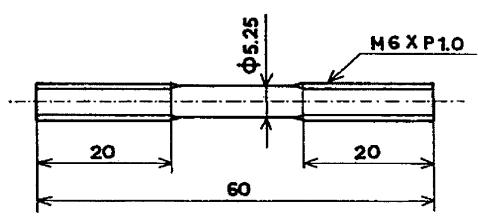
- [2] 更にCr:2.5%以下(0%を含まない)及びCo:0.5%以下(0%を含まない)から選択された少なくとも1種を含有する請求項1に記載の高強度ボルト。
- [3] 更にNi:1.0%以下(0%を含まない)を含有する請求項1に記載の高強度ボルト。
- [4] 更にCu:1.0%以下(0%を含まない)を含有する請求項1に記載の高強度ボルト。
- [5] 更にMo、V、Nb、Ti、及びWから選択された少なくとも1種を、合計で0.5%以下(0%を含まない)となる範囲で含有する請求項1に記載の高強度ボルト。
- [6] 更にBを0.003%以下(0%を含まない)を含有する請求項1に記載の高強度ボルト。
- [7] 更にNi:1.0%以下(0%を含まない)を含有する請求項2に記載の高強度ボルト。
- [8] 更にMo、V、Nb、Ti、及びWから選択された少なくとも1種を、合計で0.5%以下(0%を含まない)となる範囲で含有する請求項2に記載の高強度ボルト。
- [9] 更にBを0.003%以下(0%を含まない)を含有する請求項2に記載の高強度ボルト。
- [10] 更にMo、V、Nb、Ti、及びWから選択された少なくとも1種を、合計で0.5%以下(0%を含まない)となる範囲で含有する請求項7に記載の高強度ボルト。
- [11] 残部の成分はFe及び不可避的不純物である請求項1に記載の高強度ボルト。

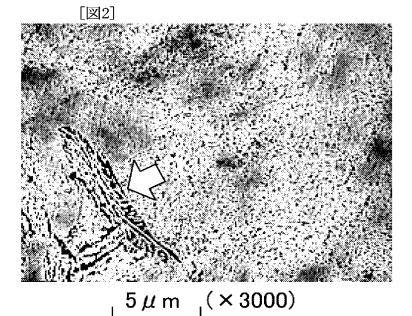
1/2

[図1]

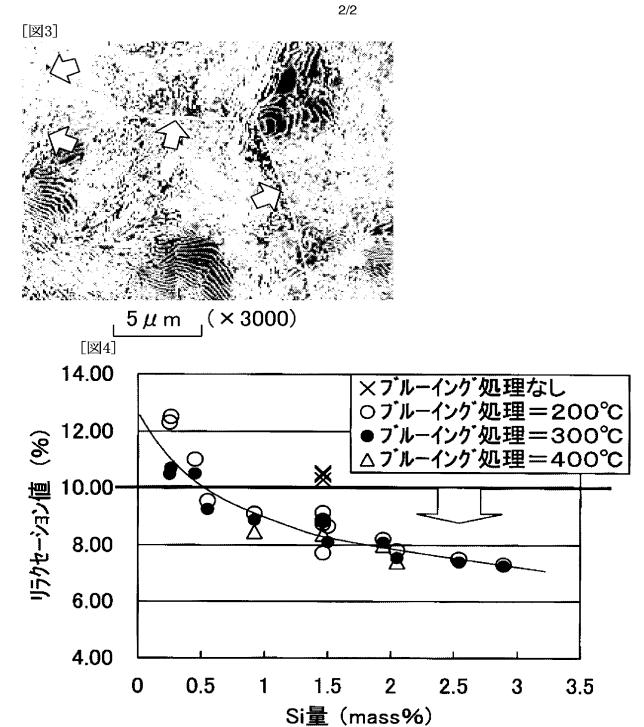
(a)







WO 2005/083141 PCT/JP2005/003393



### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/003393

	CATION OF SUBJECT MATTER  C22C38/00, 38/06, 38/58, F16E	335/00//C21D9/00	
According to Inte	ernational Patent Classification (IPC) or to both nationa	l classification and IPC	
B. FIELDS SE	ARCHED		
	nentation searched (classification system followed by cla C22C38/00, 38/06, 38/58, F16E		
Jitsuyo Kokai Ji		tsuyo Shinan Toroku Koho roku Jitsuyo Shinan Koho	1996-2005 1994-2005
WPI	ase construct during the international section (name of c	iata base and, where practicable, search to	This user)
C. DOCUMEN	ITS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where ap		Relevant to claim No.
Y	JP 2000-337333 A (Kobe Steel 05 December, 2000 (05.12.00), Full text (Family: none)		1-11
Y	JP 11-315349 A (Kobe Steel, 1 16 November, 1999 (16.11.99), Full text (Family: none)		1-11
Y	JP 3-44127 B2 (Netsuren Co., 05 July, 1991 (05.07.91), Full text (Family: none)	Ltd.),	1-11
× Further do	cuments are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex.	
"A" document d to be of part "E" earlier applie filing date "L" document w cited to esta special rease "O" document re "P" document put	gories of cited documents: efining the general state of the art which is not considered icular relevance cation or patent but published on or after the international which may throw doubts on priority claim(s) or which is ablish the publication date of another citation or other on (as specified) efferring to an oral disclosure, use, exhibition or other means sublished prior to the international filing date but later than date claimed	"T" later document published after the integrate and not in conflict with the application the principle or theory underlying the integrate of the principle or theory underlying the integration of the principle or theory underlying the integration of the principle or theory underlying the integration of the principle or the prin	claimed invention cannot be dered to involve an inventive elaimed invention cannot be dered to involve an inventive elaimed invention cannot be step when the document is documents, such combination e art
27 May,	d completion of the international search (27.05.05)	Date of mailing of the international sear 14 June, 2005 (14.0	
	ng address of the ISA/ se Patent Office	Authorized officer	
Facsimile No.		Telephone No.	

### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No. PCT/JP2005/003393

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages  JP 2001-348618 A (Honda Motor Co., Ltd.), 18 December, 2001 (18.12.01), Full text & EP 12739670 A1 & US 6605166 B2	Relevant to claim No.  1-11

#### 国際調査報告

発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC)) Int.Cl.<sup>7</sup> C22C38/00, 38/06, 38/58, F16B35/00 // C21D9/00

#### 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int.Cl.<sup>7</sup> C22C38/00, 38/06, 38/58, F16B35/00 // C21D9/00

#### 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報

1922-1996年

日本国公開実用新案公報

1971-2005年

日本国実用新案登録公報

1996-2005年

日本国登録実用新案公報

1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

· WPI

C. 関連する	ると認められる文献	
引用文献の カテゴリー <b>*</b>	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 2000-337333 A (株式会社神戸製鋼所) 2000.12.05,全文 (ファミリーなし)	1-11
Y	JP 11-315349 A (株式会社神戸製鋼所) 1999.11.16,全文 (ファミリーなし)	1-11
Y	JP 3-44127 B2 (高周波熱錬株式会社) 1991.07.05,全文 (ファミリーなし)	1-11

#### 7 C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

### \* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日 以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用す る文献(理由を付す)
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願 「&」同一パテントファミリー文献

#### の日の後に公表された文献

- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって 出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論 の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに よって進歩性がないと考えられるもの

国際調査を完了した日 27.05.2005	国際調査報告の発送日 14.06.20	005	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP)	特許庁審査官(権限のある職員)	4 K	3237
郵便番号100-8915	蛭田 敦		
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	電話番号 03-3581-1101 内	線 3	435

(佐夫)	用はカストラルとカフナオ	
C (続き). 引用文献の	関連すると認められる文献	関連する
カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	請求の範囲の番号
Y	JP 2001-348618 A (本田技研工業株式会社) 2001.12.18, 全文 & EP 1273670 A1	1-11
	& US 6605166 B2	,
	,	
	·	